

УДК 620.19

С. В. Щербинин, А. П. Сафронов, Р. В. Крехно, А. И. Бекетова, И. В. Бекетов

Институт электрофизики УрО РАН,

г. Екатеринбург

ИЗМЕРИТЕЛЬ ТЕМПЕРАТУРНОЙ ЗАВИСИМОСТИ ИМПЕДАНСА ПОЛИМЕРНЫХ ПЛЕНОК

В статье описан комплекс, измеряющий в автоматическом режиме импеданс композиционных полимерных пленок на частотах от 10 до 100 кГц, при температурах до 250 градусов Цельсия.

Ключевые слова: композиционные полимеры, наночастицы металлов, диэлектрическая спектроскопия, импеданс.

S. V. Shcherbinin, A. P. Safronov, R. V. Krekhno, I. V. Beketov, A. I. Beketova

MEASURING THE TEMPERATURE DEPENDENCE OF POLYMER FILMS IMPEDANCE

The article describes a complex, automatically measuring the impedance of composite polymer films at frequencies between 10 and 100 kHz at temperatures up to 250 degrees Celsius.

Keywords: composite polymers, metal nanoparticles, dielectric spectroscopy, impedance.

Важной характеристикой полимерных композиционных материалов является температурный диапазон проявления их эластических свойств, связанный с конформационной гибкостью макромолекул, образующих полимерную матрицу. Одним из методов оценки конформационной гибкости является диэлектрическая спектроскопия, состоящая в измерении импеданса полимерной пленки при разных частотах и разных температурах. В этой связи для исследования полимерных композиционных материалов, наполненных наночастицами металлов, получаемых в сотрудничестве ИЭФ УрО РАН и УрФУ, было необходимо разработать специализированный комплекс, позволяющий в автоматическом режиме проводить измерения импеданса композиционных полимерных пленок при нескольких фиксированных частотах в интервале температур до 250 °С.

Система для автоматического измерения температурной зависимости импеданса тонких пленок (рис. 1) включает в свой состав измеритель импеданса (*ИИ*) на основе микросхемы AD5933 (AnalogDevices), держатель образцов (*Д*), нагреватель (*Н*) и термоконтроллер (*ТК*) DTA4848RR (Delta). Измерение температуры образца (*О*) осуществляется с помощью термопары (*ТП*), подключенной к термоконтроллеру (*ТК*). Термоконтроллер управляет источником питания (*ИП*) нагревателя (*Н*) для поддержания требуемой для измерений температуры. Автоматизированную работу системы, а также запись результатов измерений на персональный компьютер (*ПК*) обеспечивает программа, работающая под управлением ОС WindowsXP.

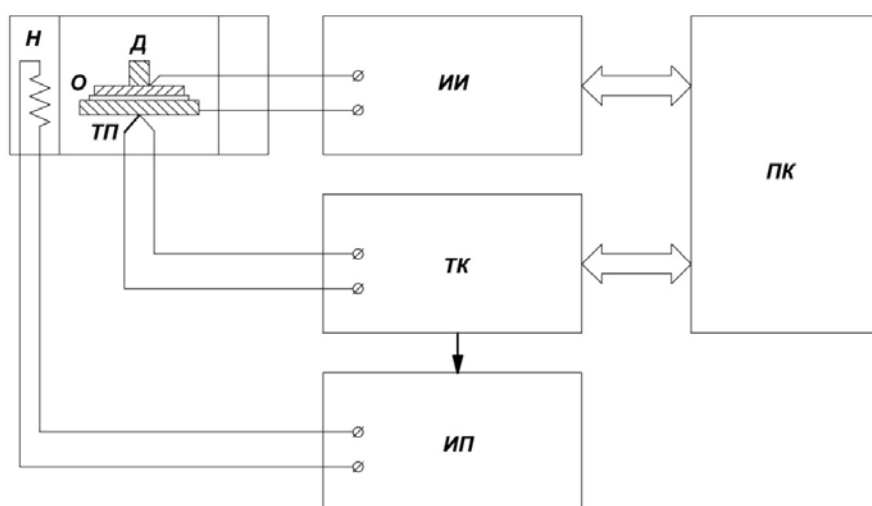


Рис. 1. Структурная схема системы

Существуют промышленные изделия (Agilent, Fluke, HP и т. п.), позволяющие производить измерения импеданса в диапазоне частот от 10 до 100 кГц с погрешностью в доли процента. Но даже в зарубежной литературе обоснованием создания специализированных приборов служат не только специфические требования или характеристики, но и чрезвычайно высокая цена подобного оборудования [1]. К тому же, для определения параметров полимеров в широком диапазоне частот и температур, необходимо автоматизировать процесс измерений.

Измерение импеданса определенных объектов можно осуществить с помощью приборов на основе измерительных мостов, или непосредственно

измеряя амплитуду и фазу гармонического сигнала, прошедшего через объект. Существуют также интегральные измерители импеданса, например, AD5933 [2; 3], включающие в свой состав как формирователь синусоидального сигнала на основе цифрового синтезатора частоты, так и блок цифровой обработки сигнала на основе Дискретного Преобразования Фурье (ДПФ). На основе AD5933, с учетом рекомендаций от AnalogDevices [2; 4; 5] изготовлен довольно недорогой и компактный измеритель импеданса (рис. 2).

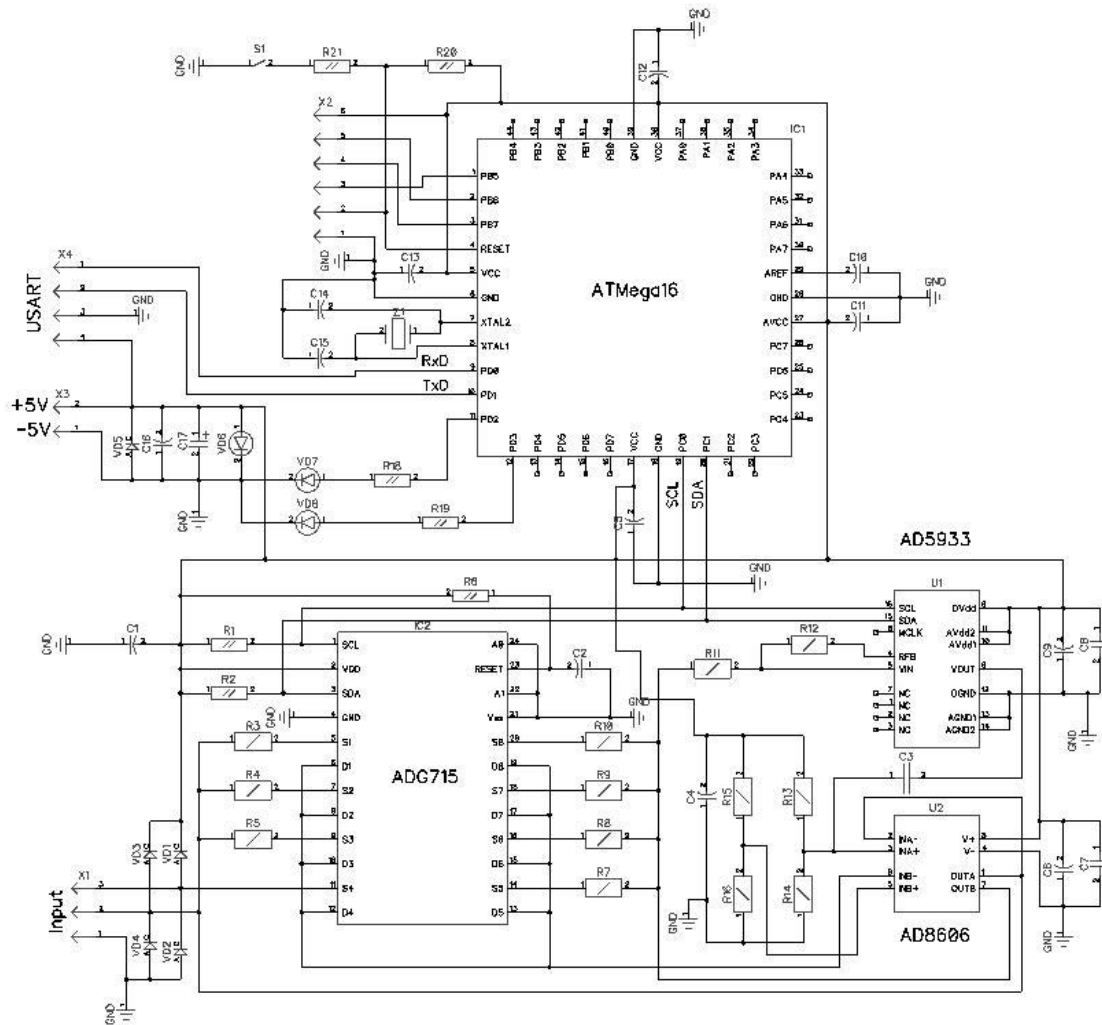


Рис. 2. Принципиальная схема измерителя импеданса

Формирование синусоидального напряжения заданного диапазона частот, а также измерение амплитуды и фазы протекающего через измеряемый объект тока, осуществляется в микросхеме AD5933. Микроконтроллер ATmega16 посылает по шине I²S команды управления, считывает данные, а также осуществляет связь с ПК по интерфейсу RS-232.

Измерение импеданса с помощью AD5933 производится с использованием калибровочных сопротивлений [5]. Для пояснения методики измерений приведена упрощенная схема входного каскада измерителя на рис. 3.

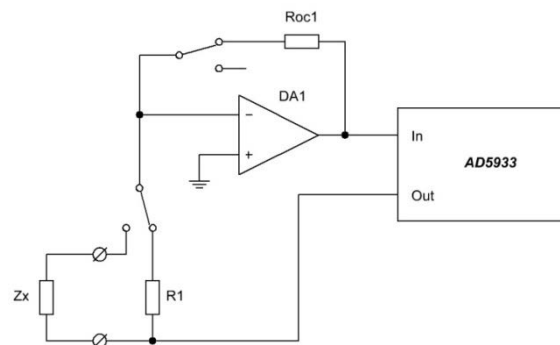


Рис. 3. Схема переключения эталонных сопротивлений для проведения измерений

На каждой частоте необходимо осуществлять калибровочное измерение с применением эталонных сопротивлений. На каждом этапе измерения импеданса после установлении требуемой частоты в качестве измеряемого объекта подключается эталонное прецизионное сопротивление R_1 . Сопротивление такой же величины R_{oc1} подключается и в обратную связь входного усилителя для поддержания единичного коэффициента усиления.

Далее AD5933 осуществляет аналого-цифровое преобразование входного сигнала, производит ДПФ полученных отсчетов и суммирует вычисленные за период данные:

$$\dot{Y} = \frac{2}{N} \cdot \sum_{n=0}^{1023} u\left(\frac{2\pi n}{N}\right) \cdot \left(\cos \frac{2\pi n}{N} - j \cdot \sin \frac{2\pi n}{N}\right),$$

где $u\left(\frac{2\pi n}{N}\right)$ – отсчеты входного сигнала;

$$N = 1024;$$

$$j = \sqrt{-1}.$$

Поскольку входной усилитель DA1 работает в режиме преобразователя ток-напряжение, полученное комплексное число соответствует адмиттансу \dot{Y}_1

входной цепи с включенным в нее эталонным сопротивлением. Число \dot{Y}_1 передается в ПК. Далее микроконтроллер подключает входную цепь к измеряемому образцу \dot{Z}_x . Цифровой блок микросхемы AD5933 вычисляет комплексную проводимость \dot{Y}_2 , это число также передается в ПК.

Для определения амплитудного значения импеданса образца в программесначала рассчитывается коэффициент *coef*:

$$|\dot{Y}_1| = \sqrt{\left(Re(\dot{Y}_1)\right)^2 + \left(Im(\dot{Y}_1)\right)^2},$$

$$coef = \frac{1}{R_1 \cdot |\dot{Y}_1|},$$

где R_1 – эталонное сопротивление;

$|\dot{Y}_1|$ – модуль комплексной проводимости цепи с сопротивлением R_1 .

Затем, непосредственно, амплитудное значение импеданса $|\dot{Z}_x|$:

$$|\dot{Y}_2| = \sqrt{\left(Re(\dot{Y}_2)\right)^2 + \left(Im(\dot{Y}_2)\right)^2}.$$

$$|\dot{Z}_x| = \frac{1}{coef \cdot |\dot{Y}_2|}.$$

Для определения угла программа сначала вычисляет фазу сигнала, прошедшего по цепи, содержащей эталонное сопротивление R_1 :

$$\varphi_1 = \arctg \frac{Im(\dot{Y}_1)}{Re(\dot{Y}_1)},$$

затем фазу сигнала, прошедшего по цепи с образцом \dot{Z}_x :

$$\varphi_2 = \arctg \frac{Im(\dot{Y}_2)}{Re(\dot{Y}_2)}$$

Искомый угол определяется как разность:

$$\varphi_x = -\varphi_2 - (-\varphi_1)$$

Искомый импеданс можно выразить в виде зависимости:

$$\dot{Z}_x = |\dot{Z}_x| \cdot e^{j\varphi_x}$$

или представить как вектор на комплексной плоскости, либо выразить через параметры некоторой эквивалентной электрической цепи.

Но в данном случае, для определения свойств тонких полимерных пленок, требуется найти температурную зависимость амплитудного значения импеданса и тангенса угла диэлектрических потерь на различных частотах в диапазоне от 10 до 100 кГц. Так как измеряемое сопротивление носит емкостной характер, угол φ_x незначительно отличается от -90 градусов. Угол потерь определяется следующим образом:

$$\delta = 90 + \varphi_x$$

В результате, искомые параметры $|\dot{Z}_x|$ и $\operatorname{tg} \delta$ для каждой частоты и температуры программа выводит на экран компьютера и записывает в файл.

На рис. 4 представлены графики температурной зависимости амплитудного значения импеданса и тангенса угла диэлектрических потерь пленки поливинилхлорида (ПВХ) с оловоорганическим стабилизатором, на частотах 10; 16; 25,6; 40,96; 65,54 и 100 кГц.

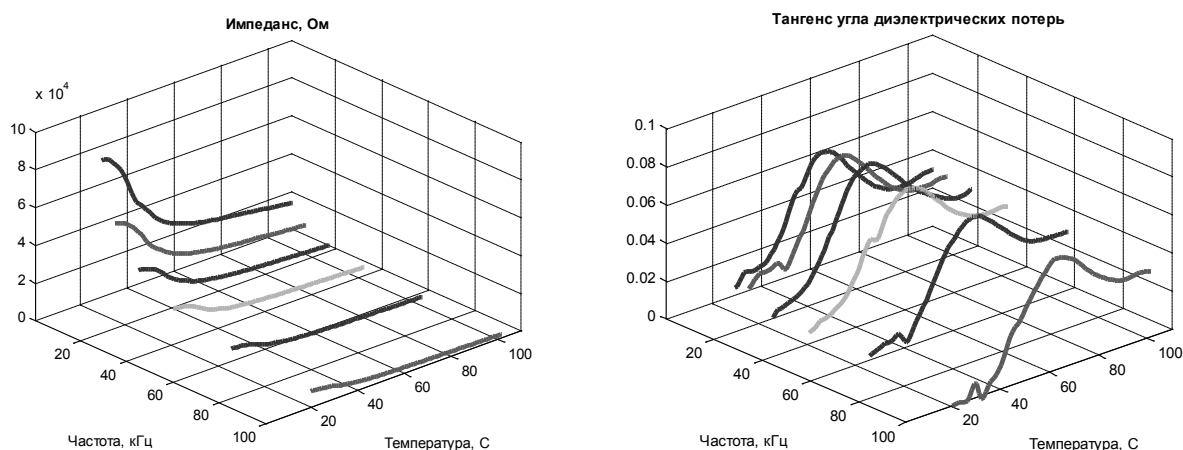


Рис. 4. Графики температурной зависимости амплитудного значения импеданса и тангенса угла диэлектрических потерь пленки ПВХ

Полученные в результате измерений параметры стеклования пленки ПВХ на данных частотах сведены в таблице 1.

Таблица 1

F, кГц	10	16	25.6	40.96	65.54	100
T, °C	57	59	60	62	63	64
tgδ	0.0679	0.0684	0.0691	0.0638	0.0617	0.0584

Для тестирования работы комплекса были взяты композиционные пленки на основе поливинилхлорида. Образцы в форме диска диаметром 35 мм и толщиной десятки мкм помещали между обкладками конденсатора, который был подключен к измерительной схеме и помещен в программируемый нагреватель. Проводили измерения импеданса пленочных образцов при частотах от 10 до 100 кГц в диапазоне температур 25–200 °C. С ростом температуры импеданс образца уменьшался, а тангенс угла диэлектрических потерь при всех частотах изменялся по кривой с максимумом. Максимум соответствовал температуре, при которой дипольные моменты функциональных групп полимерных цепей приобретали подвижность и осуществляли переориентацию в приложенном электрическом поле. Данная температура, которая носит название температуры стеклования составила от 57 до 64 °C для исследованных образцов поливинилхлорида. Полученное значение находилось в хорошем согласии с имеющимися литературными данными [6]. Разработанная установка была использована для исследования температурной зависимости импеданса композитных пленок на основе промышленных эпоксидных смол, наполненных нанопорошками металлического никеля и железа.

Список литературы

1. Park S., Inman D.J., Yun C.-B. Wireless structural health monitoring using an active sensing node // Steel Structures. – 6 (2006). – Pp. 361–368
2. AD5933 1 MSPS, 12-Bit Impedance Converter Network Analyzer. Data Sheet. Analog Devices Inc.

3. Образцов С., Троицкий Ю. Прецизионный конвертер импеданса AD5933 // Современная электроника. – № 9. – 2009.
4. UG-364. Evaluating the AD5933 1 MSPS, 12-Bit Impedance Converter Network Analyzer. Analog Devices Inc.
5. Usach M. AN-1252. Application Note. How to configure the AD5933/AD5934. Analog Devices Inc.
6. Липатов Ю. С., Нестеров А. Е., Гриценко Т. М., Веселовский Р. А. Справочник по химии полимеров. – Киев : Наукова думка, 1971.